

Udara, Cara uji kadar timbal

SII. 1839 - 85

Cara Uji, Kadar Timbal di Udara

1. Ruang Lingkup: Standar ini meliputi cara pengambilan contoh dan cara uji kadar timbal di udara.

2. Pengambilan Contoh.

2.1. Hubungkan adaptor dengan tabung penyerap yang berisi karbon aktif dan segel dengan selotip. Hubungkan bagian atas dengan penyangga yang berisi serat gelas (Gambar 1) dan bagian bawahnya dengan pompa vakum dan akhirnya gas meter, sehingga tersusun rangkaian peralatan, seperti Gambar 2. Lakukan pengambilan contoh sebanyak $150 \text{ m}^3 - 200 \text{ m}^3$ dengan laju alir udara 20 l/menit .

2.2. Saringan membran ($0,45 \mu\text{m}$) memberikan penurunan tekanan yang lebih besar dibandingkan dengan saringan serat gelas, pada saat pengambilan contoh. Adanya hal ini dibutuhkan pemakaian 2 buah saringan membran yang tersusun secara paralel, pada pengambilan contoh dengan laju alir udara rendah $\pm 14 \text{ l/menit}$ untuk mengurangi/mencegah penurunan tekanan berlebih $75 - 100 \text{ mm Hg}$. Pemakaian saringan dengan ukuran diameter 100 mm sangat baik, jika partikel timbal diperkirakan tidak akan menembus saringan yang akan menyebabkan kontaminasi pada penyerap karbon.

3. Cara Uji: Pada standar ini digunakan cara ditizon kalorimetri dengan batas konsentrasi yang dapat diukur dengan metoda ini untuk :
partikel timbal $0,01 - 10 \text{ mg Pb/m}^3$ udara
uap timbal $< 0,2 \text{ mg Pb/m}^3$ udara.
Cara uji kadar timbal di udara dapat juga dilakukan dengan cara yang lain.

3.1. Prinsip.

3.1.1. Partikel Timbal.

Contoh partikel timbal dimasak dengan campuran asam nitrat dan perklorat. Pb yang larut ditentukan konsentrasinya secara kolorimetri.

3.1.2. Uap timbal.

Uap timbal yang diserap di karbon aktif diekstraksi dengan asam nitrat dan asam klorida, dipanaskan pada suhu $90 - 100^\circ\text{C}$ sekitar 16 jam.

Karbon dipisahkan dari larutan dengan cara penyaringan dan konsentrasi Pb dalam filtrat ditentukan secara kolorimetri.

3.2. Gangguan.

3.2.1. Ditizon dalam suasana larutan amonium sianida, pH larutan $8,5 - 9,5$ akan bereaksi dengan ion-ion Bi^{3+} , Sn^{2+} , Ta^{2+} , In^{3+} dan akan membentuk senyawa kompleks yang berwarna. Pada pH $11,0$ se-

nyawa kompleks yang terbentuk tidak stabil dan hanya sebagian yang akan terekstraksi oleh larutan kloroform ditizon.

3.2.2. Gangguan pengukuran yang disebabkan oleh ion Sn^{2+} dan Ta^{1+} dapat diperkecil dengan cara oksidasi pada tahap pengabuan.

3.2.3. Adanya ion-ion logam, dibutuhkan ekstraksi ganda pada larutan pH $8,5 - 11,5$. Diperlukan analisa awal untuk mengetahui ion-ion logam yang menyebabkan gangguan.

3.2.4. Ion pengganggu yang hanya disebabkan oleh ion bismut $> 200 \mu\text{g}$ pengukuran serapan dari Pb terlarut dapat dilakukan pada panjang gelombang 465 nm dan 510 nm .

3.2.5. Senyawa organik yang mudah menguap dari bismut, talium dan indium tidak berpengaruh pada penentuan uap timbal. Sedangkan adanya senyawa anorganik dari unsur-unsur tersebut akan menyebabkan gangguan pada analisa timbal uap, oleh karena itu harus terserap pada saringan timbal partikel.

3.2.6. Partikel timbal akan mengganggu pada pengukuran timbal uap. Partikel timbal yang diperbolehkan lolos harus $< 0,01 \mu\text{g Pb/m}^3$ udara.

3.3. Peralatan.

Semua peralatan gelas yang digunakan untuk cara uji ini harus terbuat dari bahan bonosilika dan penghilangan timbal dengan merendam peralatan gelas dalam HNO_3 (1 + 1) kemudian dibilas beberapa kali dengan air suling.

3.3.1. Sel penyerap (kuvet) dengan ketebalan tembus cahaya 1 cm .

3.3.2. Saringan dan penyangga (penyangga saringan baja tahan karat $\phi : 47 \text{ mm}$ dan saringan serat gelas type E : 47 mm).

3.3.3. Spektrofotometer.

3.3.4. Penyerap karbon aktif (Gambar 1)

3.3.5. Gas meter kapasitas 28 l/menit .

3.3.6. Pompa vakum, kapasitas 28 l/menit .

3.3.7. Buret 50 ml .

3.3.8. Corong pemisah 250 ml dan 125 ml .

3.4.5. Perekasi.

3.4.1. Karbon aktif dengan ukuran partikel $20 - 50 \text{ mesh}$.

3.4.2. Larutan penyangga.

Timbang dengan teliti 400 gr dibasik amonium sitrat (10 gr) hidroksilamin hidroklorida dan 40 gr

kalium ianida, larutan garam-garam tersebut dengan air suling dan encerkan sampai 1 liter, tambahkan 2 liter amonium hidroksida (B.J. 0,90).

3.4.3. Kloroform P.a.

3.4.4. Larutan Natrium Etilin Diamin Tetra Asetat (EDTA)

Timbang 5 gram EDTA, larutkan dengan air suling dan encerkan sampai 500 ml.

3.4.5. Larutan ditizon.

Timbang 40 mg difenil tiokarbazon, dan larutkan dengan 1 liter kloroform.

Simpan dalam botol yang berwarna coklat dan disimpan ditempat dingin dan gelap, larutan ini tahan sampai 1 (satu) minggu.

3.4.6. Asam klorida pekat (B.J. 1,19).

3.4.7. Larutan sediaan (1 ml = 0,1 mg Pb).

Timbang dengan teliti 0,1599 gr $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ ke-

murnian 99,9 % larutkan dalam 200 ml air suling, tambahkan 10 ml HNO_3 (B.J. 1,42) dan encerkan sampai 1 l.

3.4.8. Larutan siapan (1 ml = 2 μg P b)

Pipet 20 ml larutan sediaan, masukkan kedalam labu ukur dan encerkan 1 l.

3.4.9. Asam nitrat pekat (B.J. 1,42).

3.4.10. Asam nitrat (1 + 4).

Encerkan 200 ml HNO_3 pekat dengan 800 ml air suling.

3.4.11. Larutan asam nitrat perklorat.

Campurkan 300 ml HNO_3 pekat dengan 200 ml asam perklorat (HClO_4) 72 %.

3.4.12. Larutan pereduksi.

Timbang 20 gr KCN, 40 gr dibasik amonium sitrat dan 200 gr Natrium Sulfit Anhidrat (Na_2SO_3) larutkan dan encerkan dengan air suling sampai 1 l. Tambahkan 600 ml NaOH pekat.

3.4.13. Air Suling.

Air suling yang digunakan harus bebas ion Pb^{2+}

3.5. Cara Kerja.

3.5.1. Penentuan Faktor Kalibrasi.

3.5.1.1. Masukkan 20 ml HNO_3 (1 : 3 : 4), 25 ml air suling dan 50 ml larutan penyangga kedalam corong pemisah 250 ml, kocok dan dinginkan sampai mencapai suhu ruangan.

3.5.1.2. Tambahkan 10 ml larutan ditizon dan kocok baik selama 30 detik. Pindahkan kedalam kuvet. Ukur besar serapan dari lapisan bawah pada panjang gelombang 510 nm (Z). Tambahkan 10 ml larutan siapan (konsentrasi : 2 μg Pb/ml). Kocok larutan dengan baik selama 30 detik. Ukur besar serapan (Y) lakukan hal yang sama dengan penambahan kembali 10 ml larutan

siapan untuk mendapatkan ketelitian yang baik dan gunakan udara sebagai pembanding (% T : 100%) pada setiap pengukuran serapan.

3.5.2. Penentuan Uap Timbal.

Dengan konsentrasi ion-ion : Bi (+ 3) II

Dengan konsentrasi ion-ion : Bi (+ 3) > 20 μg , Ta, (+ 1) > 20 μg , Sn (+ 2) > 100 μg , dan In (+3), 200 μg .

3.5.2.1. Lepaskan penyerap karbon dari rangkaian peralatan (Gambar 2), pindahkan karbon aktif kedalam erlemeyer 500 ml, tambahkan 25 ml HCl pekat, aduk dan tambahkan 75 ml HNO_3 pekat aduk sampai tercampur dengan baik.

3.5.2.2. Larutan dikisatkan di atas penangas air, dengan suhu 90 – 100 °C.

3.5.2.3. Tambahkan 30 ml HNO_3 pekat, panaskan selama 1 jam suhu : 80 – 90 °C, tambahkan 100 ml air suling, aduk simpan selama 2 jam pada kondisi suhu ruangan.

3.5.2.4. Saring larutan secara endap tuang dengan kertas saring kasar tampung filtratnya ke dalam erlenmeyer 500 ml dan bilas endapan karbon aktif dengan air suling sebanyak 3 kali.

3.5.2.5. Tambahkan 10 ml larutan asam nitrat perklorat pada filtrat dan kisatkan di atas plat pemanas (hati-hati) untuk menghilangkan kelebihan perklorat, tambahkan 5 ml larutan asam nitrat perklorat apabila ada karbon yang belum teroksidasi, kisatkan kembali untuk menghilangkan kelebihan perklorat. Tambahkan 25 ml air suling untuk mendinginkan larutan dengan cara membilas bagian dalam. Tambahkan 20 ml HNO_3 (1 + 4), diamkan selama 30 menit sampai terlarut semua, masukkan larutan ke corong pemisah 250 ml.

3.5.2.6. Tambahkan 50 ml larutan penyangga dan 10 ml larutan pereduksi, kocok beberapa kali dan biarkan selama 15 – 20 menit untuk kesempurnaan reduksi.

3.5.2.7. Tambahkan 10,0 ml larutan ditizon kocok dengan baik selama 30 detik, ukur besar serapan lapisan bawah pada panjang gelombang 510 nm. Tambahkan 5 ml larutan EDTA, kocok dengan baik selama 90 detik. Ukur besar serapan larutan lapisan bawah 1 – 5 menit setelah lapisan terpisah.

3.5.2.8. Apabila harga serapan > 2,0 tambahkan 10,0 ml larutan ditizon dan lakukan pengerjaan seperti langkah 3.5.2.7, bila harga serapan tetap > 2,0 tambahkan kembali 10 ml larutan ditizon dan ulangi langkah 3.5.2.7, sehingga didapat besar serapan $\pm 2,0$ gunakan udara sebagai pembanding (% T : 100).

3.5.3. Penentuan partikel timbal.

Dengan ion-ion : $Ta > 20 \mu g$, $Sn^{2+} > 100 \mu g$ dan $IN^{3+} > 200 \mu g$.

- 3.5.3.1. Masukkan saringan serat gelas, kedalam gelas kimia 150 ml, tambahkan 10 ml larutan asam nitrat perklorat panaskan dengan penangas iar suhu $80-90^{\circ}C$ sampai semua karbon teroksidasi, kistatkan untuk menghilangkan kelebihan perklorat. Tambahkan 20 ml HNO_3 (1 + 4), aduk dan hancurkan saringan serat gelas dengan pengaduk gelas dan dinginkan.
- 3.5.3.2. Sarig larutan dengan kertas saring kasar dan tampung filtrat kedalam labu ukur 100 ml. Bilas kertas saring 3 x 20 ml air suling dan encerkan sampai tanda batas, kocok beberapa kali.
- 3.5.3.3. Pipet 10 ml larutan contoh, masukkan ke dalam corong pemisah 150 ml, tambahkan HNO_3 (1 + 4), 25 ml air suling dan 50 ml larutan penyangga. Kocok dan dinginkan sampai suhu kamar.
- 3.5.3.4. Tambahkan 10 ml larutan ditizon, kocok dengan baik selama 30 detik dan ukur serapan lapisan bawah pada panjang gelombang 510 nm.
- 3.5.3.5. Tambahkan 5 ml EDTA, kocok selama 90 detik, dan lakukan pengukuran besar serapan seperti butir 3.5.2.7. Bila serapan $> 2,0$ lakukan tahap pengerjaan seperti butir 3.5.2.8. dst. Gunakan udara sebagai pembanding (% T : 100).
- 3.5.3.6. Dengan ion-ion : $Bl^{3+} > 20 \mu g$, $Ta^{+1} > 20 \mu g$, $Sn^{2+} > 100 \mu g$ dan $In > 200 \mu g$. Didapatnya konsentrasi Pb yang tinggi diluar perkiraan atau adanya ion-ion dengan kuantitas yang besar dari bismut, talium, dan indium, berakibat tidak terbentuknya timbal ditizonat pada penambahan 10 ml larutan ditizon dan EDTA. Gangguan yang timbul disebabkan adanya perubahan dari timbal ditizonat ke bentuk Pb $(NO_2)_2$; penentuan dilakukan pada pH tinggi. Dengan cara pengekstraksian kembali pada pH tinggi, dapat dihilangkan sekitar 90% ion pengganggu. Cara kerja untuk menghilangkan ion pengganggu. Pindahkan secara kuantitatif larutan dalam karet ke corong pemisah 200 ml. Tambahkan 10 ml larutan kloroform-timbal ditizonat ke dalam corong pemisah 125 ml. Bilas kuvet dengan 5 ml kloroform dan masukkan ke dalam corong pemisah 250 ml. Kocok dengan baik dan keluarkan 5 ml kloroform hasil pembilasan kedalam corong pemisah 125 ml. Kedalam corong pemisah 125 ml tambahkan 25 ml air suling dan 20 ml HNO_3 (1 + 4) kocok selama 15 detik dan buang lapisan kloroform. Ambil 45 ml larutan dari corong pemisah 250

ml yang mengandung Pb, tambahkan 50 ml larutan penyangga dan 10 ml larutan ditizon, kocok selama 30 detik pindahkan kedalam karet dan ukur serapan warna timbal ditizonat. Bila serapan mendekati hasil pengukuran awal, maka tidak ada gangguan ion-ion, bila serapan pada hasil ekstraksi kedua $\geq 10\%$ dibawah hasil pengukuran awal menunjukkan adanya gangguan yang dijelaskan pada butir 3.5.3.6.

- 3.5.3.7. Bila dalam penggunaan metoda 3.5.3.6. diketahui konsentrasi $Bl > 200 \mu g$, sedangkan talium, timbah dan Indium tidak ada. Penentuan konsentrasi timbal terlarut dapat dilakukan dengan cara ukur besar serapan dari blanko dan contoh pada panjang gelombang 465 nm dan konsentrasi Pb dapat dihitung dengan persamaan 3. pada butir 3.7.4.
- 3.5.3.8. Pengecekan gangguan yang hanya disebabkan oleh bismuth. Lakukan pengukuran besar serapan larutan timbal ditizonat pada panjang gelombang : 510 nm dan 465 nm. Perbandingan koreksi pada pengukuran panjang gelombang 510 nm dan 465 nm untuk timbal ditizonat adalah : 2,08 dan 1,07 untuk bismut ditizonat bila harga ratio berubah dari 2,08 memberikan indikasi adanya gangguan pada pengukuran timbal ditizonat.

3.6. B l a n k o.

- 3.6.1. Gunakan pereaksi dengan jumlah dan konsentrasi yang sama dalam setiap tahap pengerjaan seperti tahap pengerjaan untuk penentuan contoh Pb, termasuk saringan-saringan.

Pengerjaan blanko pada pereaksi-pereaksi dan saringan memerlukan pengujian peralatan pengambilan contoh dengan penambahan tabung gelas yang berisi karbon aktif (10 - 30 mesh) didepan saringan partikel, saringan untuk menghilangkan timbal uap dari udara. Pada analisa penyerap karbon aktif tidak ada timbal uap yang terserap, bila tidak ada kebocoran-kebocoran pada saringan/deretan saringan.

3.7. Perhitungan.

3.7.1. Faktor kalibrasi F

$$F = \frac{X}{(Y - Z)}$$

X = Microgram dari Pb dari larutan sediaan
Y = Serapan setelah penambahan Pb
Z = Serapan sebelum penambahan Pb.

3.7.2 Timbal uap (CV. $\mu g/M^3$ udara)

$$CV = (A - B) - (C - D) \times F \times (35.3/H) \times (G/10) \quad (1)$$

3.7.3. Timbal partikel (Cp. $\mu g/m^3$ udara).

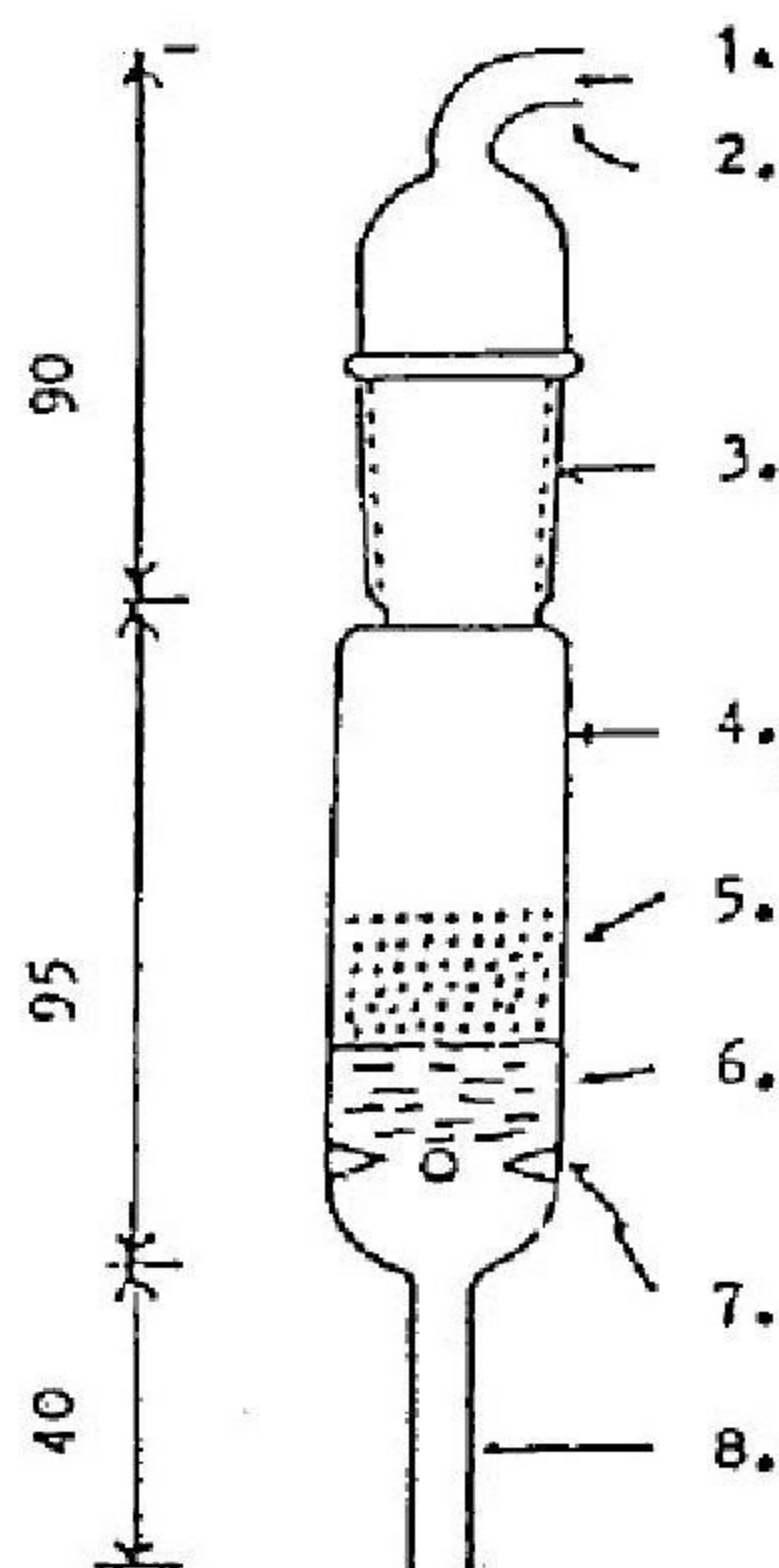
$$Cp = (A - B) \times F \times (35.3/H) \times (G/10) \times (10/E) \quad (2)$$

- A = Besar serapan contoh sebelum penambahan EDTA.
 B = Besar serapan contoh sesudah penambahan EDTA.
 C = Besar serapan blanko sebelum penambahan EDTA.
 D = Besar serapan blanko sesudah penambahan EDTA.

- E = ml larutan contoh
 G = ml larutan ditizon
 H = Jumlah udara (m^3).

3.7.4. Timbal partikel, harga ada ion Bi

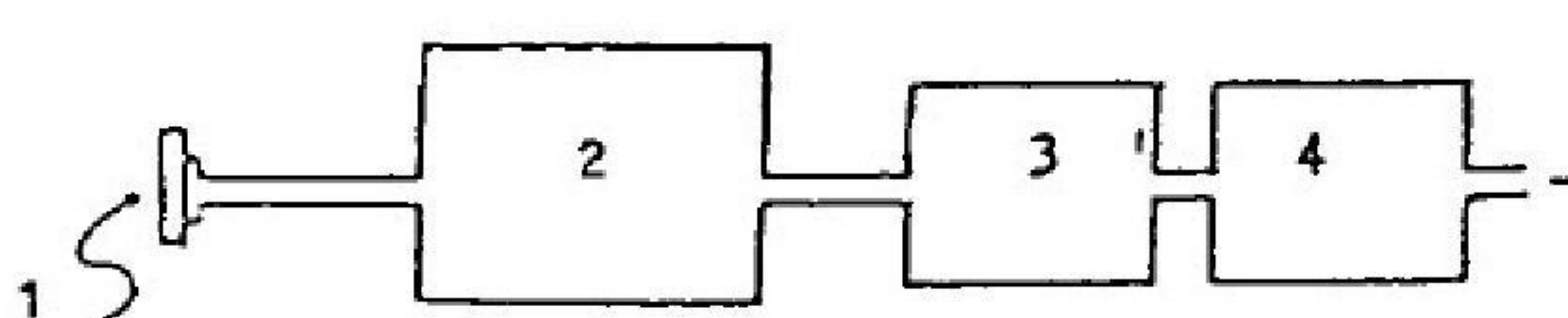
$U_{g,Pb} = 2,08 F$ (Serapan koreksi pada panjang 510 nm) –
 (1,07 x koreksi panjang gelombang 465 nm). . (3)



Gambar. 1. Penyerap Karbon Aktip.

Keterangan Gambar :

1. Aliran masuk
2. Tabung 7 mm (ϕ)
3. Adapter 24/40
4. Tabung dengan diameter dalam 24 mm
5. Karbon aktif (10 gram dengan ukuran partikel 20 – 50, mesh)
6. Gelas wol dengan ketebalan 6 mm – 8 mm
7. Penyangga gelas wol
8. Tabung 7 mm



Gambar 2. Rangkaian peralatan Pengambilan contoh.

Keterangan Gambar :

1. Saringan serat gelas dan penyangga (47 mm).
2. Penyerap karbon aktif
3. Pompa vakum
4. Gas meter



BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id